

10/538470

Rec'd PTO 09 JUN 2005  
PCT/JP 2004/000564日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

22.1.2004

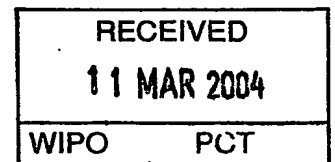
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 3 年 1 月 3 1 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 2 3 6 9 7  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 3 - 0 2 3 6 9 7 ]

出 願 人  
Applicant(s): 独立行政法人 科学技術振興機構

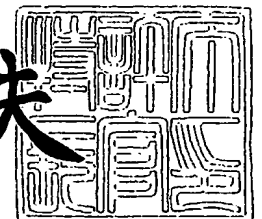


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 2 月 2 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 3 7 6 8

【書類名】 特許願  
【整理番号】 PA03-1420  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市多摩区宿河原3-5-24 レオパレス  
YOSHIKO B302号室

【氏名】 岩村 栄治

【特許出願人】

【識別番号】 396020800

【氏名又は名称】 科学技術振興事業団

【代理人】

【識別番号】 100087631

【弁理士】

【氏名又は名称】 滝田 清暉

【選任した代理人】

【識別番号】 100110249

【弁理士】

【氏名又は名称】 下田 昭

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011017

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 水素吸蔵材料及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素を主体とする第1の領域と、

前記第1の領域より低密度の非晶質炭素を主体とする第2の領域と

を有することを特徴とする水素吸蔵材料。

【請求項2】 Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素中に空隙を有していることを特徴とする水素吸蔵材料。

【請求項3】 前記金属元素の含有量は、0.02～30原子%であることを特徴とする請求項1又は2に記載の水素吸蔵材料。

【請求項4】 前記水素吸蔵材料は膜状をなし、前記第2の領域又は前記空隙は当該膜の厚み方向に延びていることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の水素吸蔵材料。

【請求項5】 Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む炭素源を用い、773K以下の温度に保持した基材表面に、前記金属元素を含む非晶質炭素を気相合成により成膜することを特徴とする水素吸蔵材料の製造方法。

【請求項6】 Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む炭素源を用い、プロセスガス圧を1.33322Pa以上とするスパッタリングにより、基材表面に前記金属元素を含む非晶質炭素を成膜することを特徴とする水素吸蔵材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、非晶質炭素を用いた水素吸蔵材料及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、クリーンなエネルギーとして、燃料電池やヒートポンプ、自然エネルギ

一の貯蔵等に水素を利用する技術が注目されている。そして、これらの水素利用技術においては、水素の吸蔵と放出を行うために水素吸蔵合金が従来から用いられてきている。ところが、水素吸蔵合金は重量が大きく、また、吸蔵／放出の繰り返しにより材質の劣化が生じたり、水素吸蔵量が低下するという問題（繰り返し特性の劣化）がある。

#### 【0 0 0 3】

このようなことから、最近ではカーボンナノチューブ、グラファイトナノファイバ等の炭素系材料を用い、炭素構造中の結晶欠陥や層構造等に起因する空隙に水素を吸蔵させる技術が検討されている。特に、上記した水素の吸蔵／放出の繰り返し特性の劣化が少ないといわれる非晶質炭素材料が注目されつつある（例えば、特許文献1、2参照）。

#### 【0 0 0 4】

##### 【特許文献1】

特開2 0 0 1 - 1 0 6 5 1 6号公報

##### 【特許文献2】

特開2 0 0 2 - 2 8 4 8 3号公報

#### 【0 0 0 5】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記した非晶質炭素材料を用いたとしても、依然として水素の吸蔵／放出の繰り返し特性の改善は不十分であるといわざるを得ない。これは、上記材料の場合、水素の貯蔵サイト（水素が保持されるサイト）と、吸着／放出サイト（貯蔵サイトからの水素の脱着に伴って水素が移動するサイト）とが同一であるため、吸蔵／放出の繰り返しによって炭素構造が破壊等されて変化することに起因すると考えられる。

#### 【0 0 0 6】

本発明は上記の課題を解決するためになされたものであり、重量当りの水素吸蔵量が大いとともに、水素の吸蔵放出を繰り返しても特性が劣化しない水素吸蔵材料及びその製造方法の提供を目的とする。

#### 【0 0 0 7】

**【課題を解決するための手段】**

上記した目的を達成するために、本発明の水素吸蔵材料は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素を主体とする第1の領域と、前記第1の領域より低密度の非晶質炭素を主体とする第2の領域とを有することを特徴とする。

このようにすると、水素化物を生成し易いTi、Zr、Hf、又はY等の金属元素の近傍に水素が貯蔵される一方、水素の脱着に伴う水素の移動は低密度の第2の領域から優先的に行われると考えられ、水素の吸蔵放出を繰り返しても特性が劣化しない。

**【0008】**

また、本発明の水素吸蔵材料は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素中に空隙を有していることを特徴とする

このようにすると、水素化物を生成し易いTi、Zr、Hf、又はY等の金属元素の近傍に水素が貯蔵される一方、水素の脱着に伴う水素の移動は空隙を介して優先的に行われると考えられ、水素の吸蔵放出を繰り返しても特性が劣化しない。

**【0009】**

水素吸蔵材料においては、前記金属元素の含有量は、0.02～30原子%であることが好ましい。

**【0010】**

又、前記水素吸蔵材料は膜状をなし、前記第2の領域又は前記空隙は当該膜の厚み方向に延びていることが好ましい。

**【0011】**

本発明の水素吸蔵材料の製造方法は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む炭素源を用い、773K以下の温度に保持した基材表面に、前記金属元素を含む非晶質炭素を気相合成により成膜することを特徴とする。

**【0012】**

本発明の水素吸蔵材料の製造方法は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なく

とも1つの金属元素を含む炭素源を用い、プロセスガス圧を1.33322Pa以上とするスパッタリングにより、基材表面に前記金属元素を含む非晶質炭素を成膜することを特徴とする。

#### 【0013】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明に係る水素吸蔵材料及びその製造方法の一実施の形態について説明する。

#### 【0014】

図1は、本発明の水素吸蔵材料の組織を模式的に示す断面斜視図である。この図において、水素吸蔵材料10は、カラム(column:円柱)状の第1の領域2が多数立設してなり、第1の領域2同士の間には第2の領域4が網目状に介在している。ここで、この実施形態では水素吸蔵材料10は膜状をなし、第2の領域4は膜の厚み方向(図1の上下方向)に延びている。又、この実施形態では、水素吸蔵材料10は気相合成によって成膜されたものとなっている。

#### 【0015】

図2は、図1の部分拡大断面図である。この図において、第1の領域2は、炭素原子20がランダムに結合した非晶質炭素構造の中にTi、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素24を含んでいる。ここで、非晶質炭素とは、不定形炭素、ダイヤモンドライクカーボン、ガラス状炭素など様々な呼称が与えられているが、これらの用語は明確に区別されている訳ではない。物質的には炭素同士のネットワーク状の結合した固体であって、いわゆる結晶構造のように長距離の周期的原子配列をもたないものである。

#### 【0016】

金属元素24は、水素化物を生成し易いものであり、水素吸蔵材料10に侵入した水素原子22と例えば金属状水素化物や侵入型水素化物を生成することにより、水素吸蔵材料10中に水素を多量に貯蔵できるものと考えられる。金属元素は、Ti、Zr、Hf、又はYであり、これらは単独で含有してもよく、又、2種以上を含有してもよい。(今回の出願ではTi、Zr、Hf、Yを列挙し、その他のLa、Sm、Nd、Dyは後でデータとともに補充の方がよいかと思い

ます)。水素吸蔵材料10に対する上記金属元素の含有量は、0.02～30原子%であるのが好ましい。金属元素の含有量が0.02原子%未満であると、十分に水素を貯蔵できない虞があるからであり、含有量が30原子%を超えると、金属元素と炭素原子間で炭化物あるいは炭化物状のクラスターを形成して有効な水素貯蔵サイトとして機能しなくなったり、後述する第2の領域4の形成を阻害する虞があるからである。より好ましくは、金属元素の含有量を1～15原子%とする。

#### 【0017】

一方、第2の領域4は第1の領域2より低密度の非晶質炭素からなっている。ここで、非晶質炭素とは上記第1の領域2において説明したものと同様である。第2の領域4と第1の領域2との密度の差は特に限定されないが、第2の領域4が第1の領域2より10～40%の割合で低密度であることが好ましい。第2の領域と第1の領域との密度の差が10%未満であると、第2の領域が後述する吸着／放出サイトとして機能しないと考えられ、水素の吸蔵／放出の繰り返し特性が劣化する虞があるからである。また、密度の差が40%を超えると、水素の貯蔵サイトとなる第1の領域の割合が少なくなるので、水素吸蔵量が減少する虞があるからである。

#### 【0018】

第1の領域と第2の領域との密度の差を測定する方法としては、EELS（電子エネルギー損失分光法）により、密度の高低に応じたエネルギー吸収の差を求める方法が挙げられる。

#### 【0019】

なお、水素吸蔵材料全体の密度（第1の領域と第2の領域の密度の平均値）は、金属元素の含有量によっても変化するが、金属元素を含有しない状態では例えば1.4～2.2 g/cm<sup>3</sup>程度である。又、水素吸蔵材料全体における第1の領域と第2の領域の体積の割合は、特に限定されないが、材料の厚みが1 μm程度の場合、材料の表層部分で第2の領域の体積が第1の領域の体積の20%以下程度である。

#### 【0020】

又、第1の領域2同士の間隔、つまり図2の左右方向における第2の領域4の幅は特に限定されないが、例えば1nm～数mm程度とすることができる。なお、後述する気相合成により本発明の水素吸蔵材料を成膜した場合には、膜の厚みを厚くするほど、第2の領域の幅が大きくなる。

#### 【0021】

このように、第2の領域4が第1の領域2より低密度であるので、金属元素24近傍の貯蔵サイトに貯蔵された水素22は、この貯蔵サイトから脱着して水素吸蔵材料内を移動する際、移動の容易な第2の領域4を介して移動すると考えられる。そのため、水素の貯蔵サイト（第1の領域2における金属元素24の近傍）と、吸着／放出サイト（第2の領域4）とが異なり、水素の吸蔵／放出の繰り返しによる炭素構造の変化が生じにくいと考えられるので、繰り返し特性が劣化しない。さらに、第2の領域4から水素原子が毛管現象によって水素吸蔵材料内に取り込まれることにより、熱的、物理的な水素の脱吸着を低温（600K程度）で行うことができる。

#### 【0022】

なお、上記した実施形態では、第2の領域4が第1の領域2より低密度である場合について説明したが、第2の領域4の代わりに空隙が存在する場合も本発明に含まれる。空隙が存在する場合も、第1の領域2の貯蔵サイトに貯蔵された水素は、移動の容易な空隙を介して水素吸蔵材料内を移動することにより、吸着／放出が行われると考えられるからである。空隙の幅（径）や、第1の領域と空隙の体積の割合は、上記した第2の領域の場合と同程度であるが、第2の領域に比べると空隙の幅や体積比は増加する傾向にある。これは、カラム間の幅が広がるに従い、炭素結合のネットワークで空隙を埋めきれずにすきまができるためと考えられる。又、第2の領域と空隙が併存していてもよい。

#### 【0023】

又、本発明の水素吸蔵材料として例えば後述する気相合成法により成膜し、第2の領域（空隙）が膜の厚み方向に延びている場合、水素原子は膜の厚み方向へ脱吸着するので、膜の両面に差圧を設けることにより水素が膜の厚み方向へ侵入し易くなり、水素吸蔵反応を促進させることができる。さらに、加圧雰囲気



に水素吸蔵を行わせることによって、水素吸蔵反応を促進させることができる。  
又、膜状のものを用いる場合、膜を複数積層して使用することができる。

#### 【0024】

次に、本発明に係る水素吸蔵材料の製造方法の一実施形態について説明する。  
まず、前記図1に示したカラム構造は、気相合成により基板上に対象物(本発明では非晶質炭素)を成膜する際、基板上での気相からの不均一な固相形成に起因して生じることがよく知られている。つまり、一旦、基板へに対象物の固相形成が不均一となって固相形成が過度な部分が生じると、以後、この部分に優先的に固相が形成されるので、カラム構造が発達する。

#### 【0025】

従って、本発明の製造方法においては、気相合成法を用いることが必須となる。  
そして、このカラム構造を発達させるためには、基板へ付着した対象物原子の移動度 (mobility) を小さくすればよい。つまり、対象物原子の移動度が高いと、基板上で熱的運動をしたり、物理的に基板上に固相形成された原子を跳ね飛ばすので、均一な固相形成が促進され、不均一な固相形成が生じ難くなってしまいうからである。

#### 【0026】

そこで、本発明の製造方法においては、原子の移動度を小さくするべく、気相合成の際の基板温度を低温にするか、又は、スパッタリングを用いた場合にはそのプロセスガス圧を高くする。基板温度を低温にすれば、基板へ付着した対象物原子の熱エネルギーが基板に奪われて移動度も小さくなるからであり、プロセスガス圧を高くすれば、対象物原子が基板へ到達する前にプロセスガスと衝突してエネルギーを失う割合が高くなるからである。

#### 【0027】

本発明の製造方法における気相合成は、物理的蒸着 (PVD) 法であればよく、例えば真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング、イオンビーム蒸着等を用いることができる。又、反応性スパッタリング等、PVDの原理を用いているが一部化学的蒸着を併用した方法を適用することもできる。気相合成に用いる基材の形状、材質は特に限定されないが、例えばシリコン (Si) 基板を用い

ることができる。又、気相合成に用いるターゲットとしては、非晶質炭素を成膜するための炭素源に金属元素が含まれているものを用いることができる。炭素源としては、例えば焼成グラファイトを用いることができ、これに金属元素のチップを載せたり嵌め込んだものを上記ターゲットとすることができる。

#### 【0028】

本発明の第1の製造方法においては、気相合成の際の基板温度を773 K以下とすることが必要である。基板温度が773 Kを超えると、上記したカラム構造が十分発達しないだけでなく、非晶質炭素が成膜できなくなるからである。基板温度は、好ましくは473 K以下とし、より好ましくは常温以下とする。基板温度の下限値は特になく、基板を0～10℃（273～283 K）程度まで水冷したり液体窒素温度（77 K）程度まで冷却してもよく、要は成膜装置の性能や製造条件等に応じて適宜基板温度を決定すればよい。

#### 【0029】

又、スパッタリングを用いる本発明の第2の製造方法においては、プロセスガス圧を1.33322 Pa以上とすることが必要である。ここで、プロセスガスは、スパッタリング装置内でイオン化され、ターゲットに衝突してターゲット原子をはじき出して基板に付着させるものであり、例えばArが用いられる。プロセスガス圧が1.33322 Pa未満であると、上記した基板上での不均一な固相形成が十分生じず、第2の領域の密度が高くなったり第1の領域同士の間隔が小さくなるため、第2の領域が吸着／放出サイトとして機能しにくくなり、水素の吸蔵／放出の繰り返し特性が劣化しやすくなる。プロセスガス圧は、好ましくは1.99983 Pa以上とする。但し、プロセスガス圧が高くなり過ぎると成膜が困難となるので、例えば6.6661 Pa程度を超えないようにするのがよい。

#### 【0030】

##### 【実施例】

##### 1. 水素吸蔵材料の作製

マグネトロンスパッタリング装置を用意し、これにSi基板及びターゲットを設置した。ターゲットとしては、市販の円盤状の焼成グラファイトを炭素源とし

、その表面に同心円状に5mm角のTi、Zr、Hf、又はYの小片を複数個配置したものをを用いた。Si基板は銅製の基台に設置され、基台を水冷することにより基板を約10℃(283K)に保った。プロセスガスとしてはArを用い、ガス圧を1.99983Paとし、基板上に非晶質炭素膜を2μm厚まで成膜して水素吸蔵材料(試料)を作製した。Ti小片を用いた場合を実施例1とし、Y小片を用いた場合を実施例2とし、Zr小片を用いた場合を実施例3とし、Hf小片を用いた場合を実施例4とした。なお、水素吸蔵材料中におけるTi(又はZr、Hf、Y)の含有量の調整は、焼成グラファイトの中心からの小片の距離を変化させることで行った。つまり、スパッタリングの際のプラズマ密度の分布は、焼成グラファイトの中心から所定距離だけ離れた位置で最も高くなるので、この位置に近い所に小片を置くほどTi(又はZr、Hf、Y)の含有量が高くなる。

#### 【0031】

実施例1における組織写真を図3～図6に示す。ここで、図3、図5は膜面方向から見たTEM(透過型電子顕微鏡)像であり、図4は膜面に垂直な方向(膜断面)から見たTEM像である。各図において、白い部分が第2の領域を示し、黒い部分が第1の領域を示す。TEM像は、日立製作所製電解放射型透過電子顕微鏡(型式:HF-2000)を用いて加速電圧200kVで撮影した。

又、図6は、図5と同じスケールの観察領域におけるTiの分布状態を示すEF(Energy Filter:エネルギーフィルタ)像である。図6において、白い部分がTiの存在する領域である。さらに、EELS(電子エネルギー損失分光法)により、第2の領域の密度と第1の領域の密度の割合を求めた。EF像の撮影とEELS分析は、GATAN社製装置(型式:Gatan Imaging Filter (GIF) model 678)を用いて行った。

EELS測定では、EELS全体のスペクトル強度とゼロロススペクトルの強度比を求め、さらにプラズモンロス領域における炭素の $\pi+\sigma$ ピークのシフト量(～1eV程度)を求めることで、第2の領域の密度が第1の領域の密度に対して約10%低いものと見積もられた。また、EF像として、13eVから28eVのエネルギー領域を3eVの幅でエネルギー分解して得られた像を評価した結果、第2

の領域の密度が第1の領域の密度に対して約10～40%低いものと見積もられた。なお、図3、図4の組織写真（平面及び断面TEM写真）を画像解析した結果、実施例1において、水素吸蔵材料のうち第2の領域が占める体積割合は約7%と見積もられた。

### 【0032】

比較として、ターゲットに焼成グラファイトのみを用い、Ti又はYを水素吸蔵材料中に含有させなかった試料を得た。これを比較例1とする。又、ターゲットに焼成グラファイトのみを用い、さらに、スパッタリングの際に基板に100Vの直流バイアス電圧を印加することにより、カラム構造を形成させなかった試料を比較例2とする。ターゲットに焼成グラファイトのみを用い、さらに、プロセスガスとしてAr80%とメタン20%の混合ガスを用いて、成膜時に水素を約40at%含有させた試料を比較例3とする。水素吸蔵材料中のTi含有量を35原子%とした以外は、実施例1と同一条件で成膜した試料を比較例4とする。基板温度を600℃（873K）とした以外は、実施例1と同一条件で成膜した試料を比較例5とする。プロセスガス圧を低圧（0.66661Pa）とした以外は、実施例1と同一条件で成膜した試料を比較例6とする。

### 【0033】

#### 2. 初期の水素吸蔵量の測定

上記各試料を真空容器に入れ、0.1Pa程度まで真空引きした後、0.3MPaで室温の水素ガスに1時間暴露し、水素を吸蔵させた。暴露後の試料の水素吸蔵量を、ラザフォード後方散乱測定装置を用いたERDA（Elastic Recoil Detection Analysis）法により測定した。測定は、ヘリウムイオン（He<sup>+</sup>）ビームを2300keVで試料に照射し、散乱角30度でのスペクトルを測定して行った。なお、ERDA法は、HFS（Hydrogen Forward Spectrometry：水素前方散乱法）ともいわれる。次に、この試料を773Kに昇温し、昇温脱離ガス分析装置（電子科学製：EMD-WA1400）により水素の脱離開始温度を測定した。

### 【0034】

#### 3. 吸蔵／放出の繰り返し特性の測定

上記した初期の水素吸蔵量の測定後、同様にして真空引き及び水素暴露をさら

に4サイクル行い、合計5サイクルの吸蔵／放出の繰り返し後の水素吸蔵量を ERDA法により測定した。得られた結果を表1に示す。

【0035】

【表1】

	添加元素	含有量 (重量%)	基板温度 (K)	プロセスガス圧 (Pa)	水素の脱離開始温度 (K)	初期の水素吸蔵量 (at%)	繰り返し後の水素吸蔵量 (at%)
実施例1	Ti	12.5	283	1.99983	600	14.0	13.0
実施例2	Y	3.0	283	1.99983	600	16.0	16.0
実施例3	Zr	8.0	283	1.99983	600	13.6	13.2
実施例4	Hf	26.0	283	1.99983	600	12.5	10.8
比較例1	-	-	283	1.99983	600	2.0	5.0
比較例2	-	-	283	1.99983	不明	0.0	0.0
比較例3	-	-	283	1.99983	850	40.0	0.0
比較例4	Ti	35.0	283	1.99983	不明	0.2	0.1
比較例5	Ti	12.5	850	1.99983	不明	0.0	0.0
比較例6	Ti	12.5	283	0.66661	650	1.2	0.7

【0036】

表1から明らかなように、各実施例においては、初期の水素吸蔵量が高いだけでなく、吸蔵／放出の繰り返し後の水素吸蔵量も高く（10at%以上）、水素の吸蔵／放出の繰り返し特性の劣化を抑制することができる。又、各実施例においては、水素の脱離開始温度も600Kと低く、水素の脱離がし易い。

#### 【0037】

一方、Ti、Zr、Hf、又はNiを含有しない比較例1の場合と、カラム構造を形成しない比較例2の場合は、いずれも初期の水素吸蔵量だけでなく、吸蔵／放出の繰り返し後の水素吸蔵量が低い値となっている。又、比較例3の場合は、成膜時に水素を膜中に含有させたが、繰り返し後の水素吸蔵量は同様に低い値となっている。このようなことから、Ti、Zr、Hf、又はNiを含有し、カラム構造を形成させた本発明の優位性が明らかである。

#### 【0038】

又、Tiの含有量を35原子%とした比較例4の場合は、初期の水素吸蔵量だけでなく、吸蔵／放出の繰り返し後の水素吸蔵量が低い値となっている。この比較例4では、XRD（X線回折）を行ったところ、含有しているTiが炭化物（TiC）を形成していることがわかった。成膜時の基板温度を850Kとした比較例5の場合と、プロセスガス圧を0.6661Paとした比較例6の場合も、やはり初期の水素吸蔵量だけでなく、吸蔵／放出の繰り返し後の水素吸蔵量が低い値となっている。

#### 【0039】

##### 【発明の効果】

以上の説明で明らかなように、本発明の水素吸蔵材料は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素を主体とする第1の領域と、第1の領域より低密度の非晶質炭素を主体とする第2の領域とを有するので、重量当りの水素吸蔵量が大きく、水素の吸蔵放出特性に優れるとともに、水素の吸蔵放出の繰り返し特性の劣化を抑制できる。

#### 【0040】

又、本発明の水素吸蔵材料は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素中に空隙を有しているので、重量当りの水素吸蔵

量が大きく、水素の吸蔵及び放出特性に優れるとともに、水素の吸蔵放出の繰り返し特性の劣化を抑制できる。

#### 【0 0 4 1】

本発明の水素吸蔵材料の製造方法は、773K以下の温度に保持した基材表面にTi、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素を気相合成により成膜するので、重量当りの水素吸蔵量が大きく、水素の吸蔵放出特性に優れるとともに、水素の吸蔵放出の繰り返し特性の劣化を抑制できる。

#### 【0 0 4 2】

本発明の水素吸蔵材料の製造方法は、プロセスガス圧を1.33322Pa以上とするスパッタリングにより、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素を含む非晶質炭素を成膜するので、重量当りの水素吸蔵量が大きく、水素の吸蔵放出特性に優れるとともに、水素の吸蔵放出の繰り返し特性の劣化を抑制できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の水素吸蔵材料の組織を示す断面斜視図である。

【図2】 図1の部分拡大断面図である。

【図3】 本発明の水素吸蔵材料の組織を示す図面代用写真である。

【図4】 同図面代用写真である。

【図5】 同図面代用写真である。

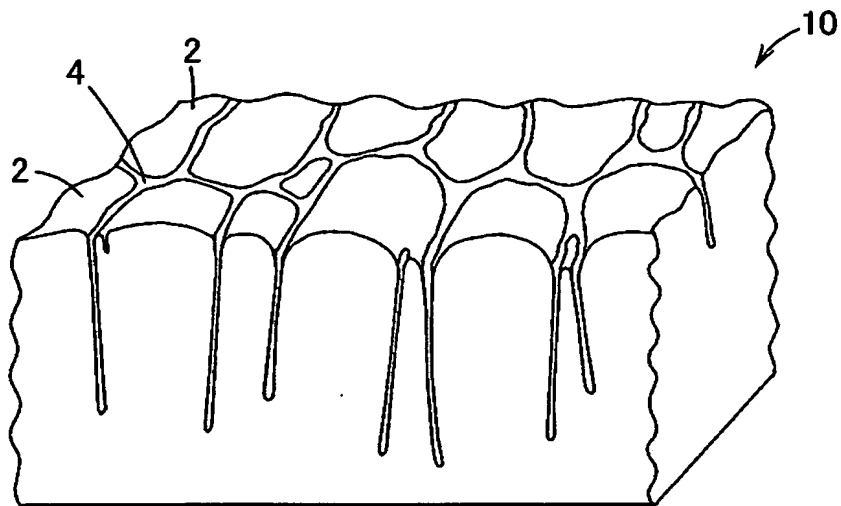
【図6】 同図面代用写真である。

#### 【符号の説明】

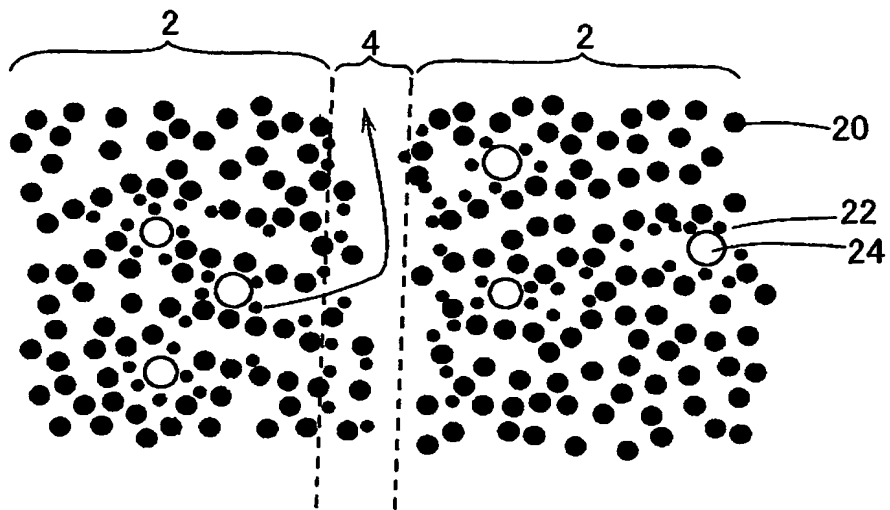
2	第1の領域
4	第2の領域
10	水素吸蔵材料
20	炭素原子
22	水素原子
24	金属元素

【書類名】 図面

【図1】

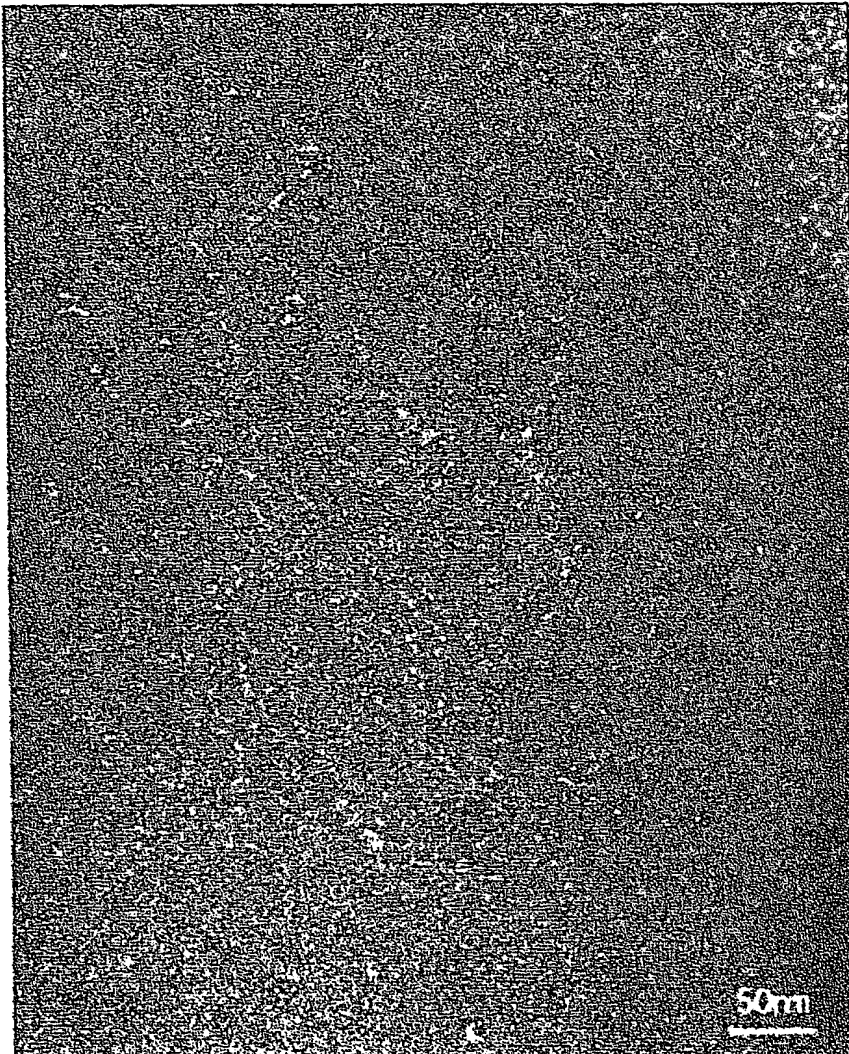


【図2】

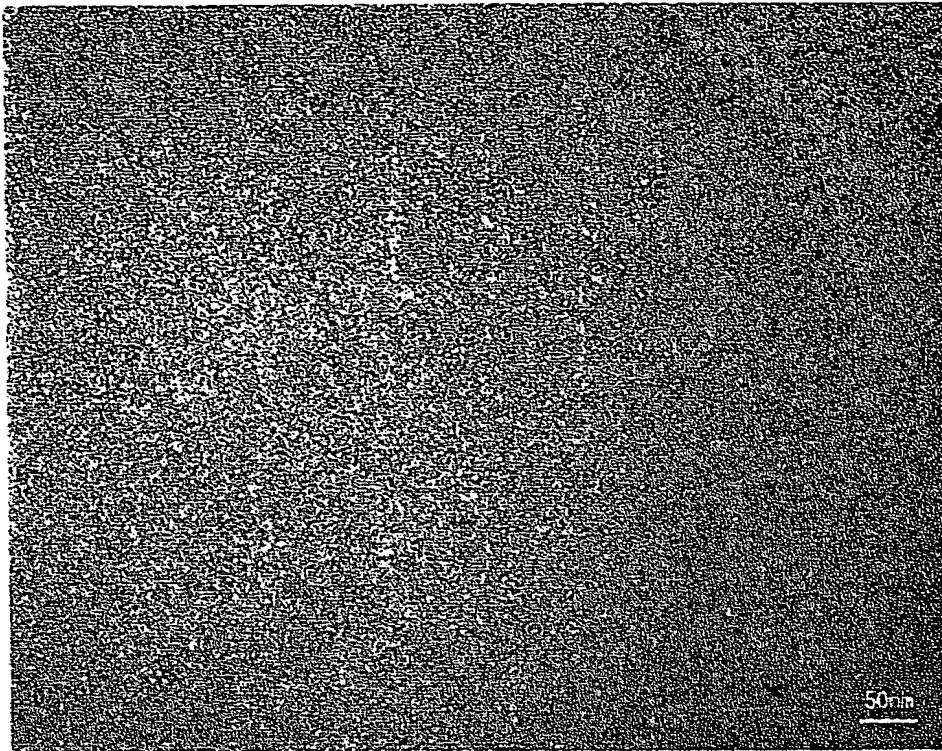




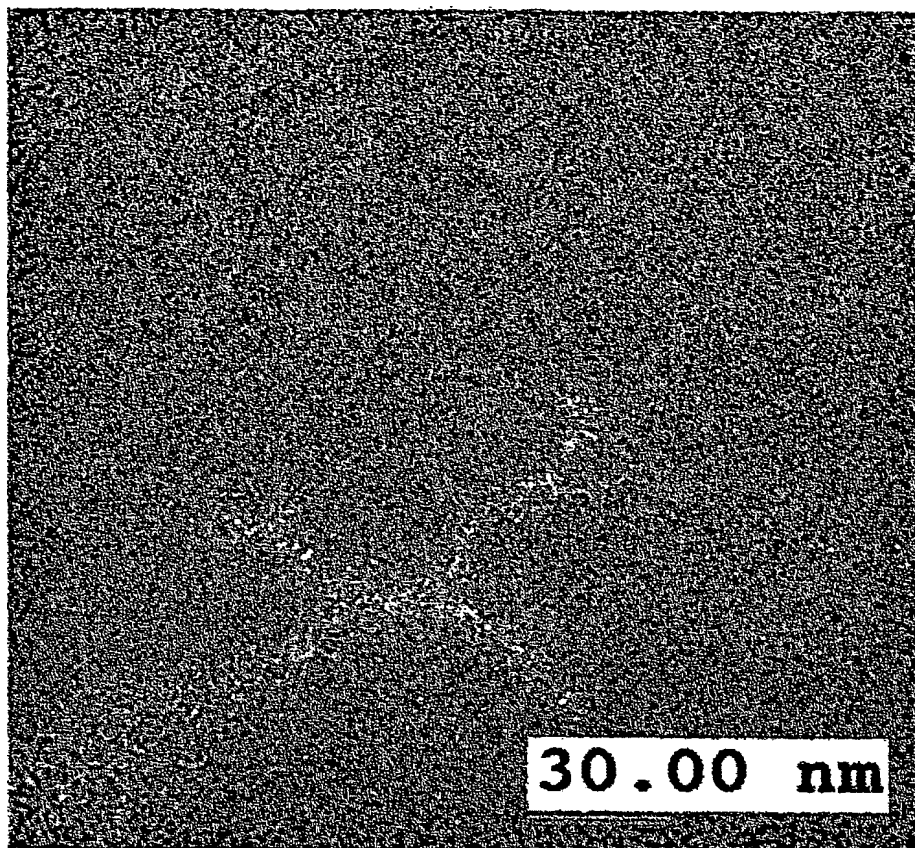
【図3】



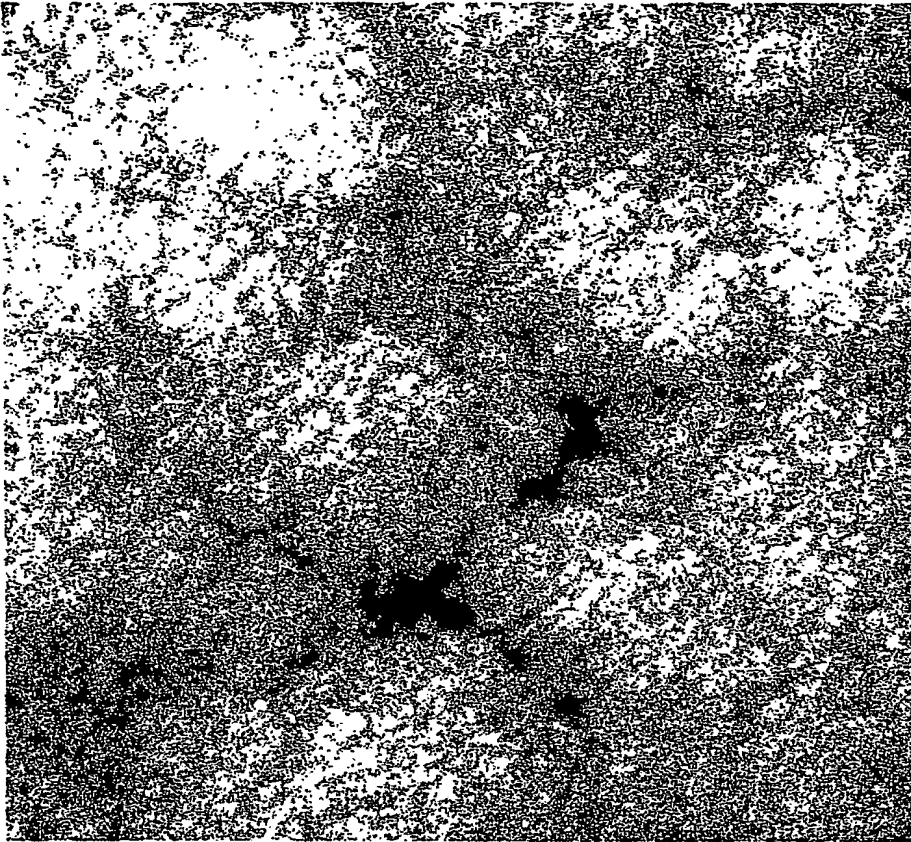
【図 4】



【図5】



【図6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 水素の吸蔵放出の繰り返し特性の劣化を抑制できる水素吸蔵材料及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 水素吸蔵材料10は、Ti、Zr、Hf、又はYのうち少なくとも1つの金属元素24を含む非晶質炭素を主体とする第1の領域2と、第1の領域より低密度の非晶質炭素を主体とする第2の領域4とを有している。

【選択図】 図2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2003-023697
受付番号	50300157702
書類名	特許願
担当官	第四担当上席 0093
作成日	平成15年 2月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 1月31日

次頁無

【書類名】 出願人名義変更届 (一般承継)  
【提出日】 平成15年10月31日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【事件の表示】  
【出願番号】 特願2003- 23697  
【承継人】  
【識別番号】 503360115  
【住所又は居所】 埼玉県川口市本町四丁目1番8号  
【氏名又は名称】 独立行政法人科学技術振興機構  
【代表者】 沖村 憲樹  
【連絡先】 〒102-8666 東京都千代田区四番町5-3 独立行政法人科学技術振興機構 知的財産戦略室 佐々木吉正 TEL 03-5214-8486 FAX 03-5214-8417

【提出物件の目録】  
【物件名】 権利の承継を証明する書面 1  
【援用の表示】 平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。  
【物件名】 登記簿謄本 1  
【援用の表示】 平成15年10月31日付提出の特第許3469156号にかかる一般承継による移転登録申請書に添付のものを援用する。

特願 2003-023697

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[396020800]

1. 変更年月日

1998年 2月24日

[変更理由]

名称変更

住 所

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

氏 名

科学技術振興事業団



特願 2003-023697

出願人履歴情報

識別番号

[503360115]

1. 変更年月日

2003年10月 1日

[変更理由]

新規登録

住 所

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

氏 名

独立行政法人 科学技術振興機構